

(97) 高周波燃焼-KIO₃ 滴定による
硫黄定量法

(燃焼法による塩基性鋼滓中の硫黄定量法
— II)

日本製鋼所, 室蘭製作所

理博 理 前川 静弥・工〇米山 善夫

Determination of Sulphur by Induction Heating Combustion-KIO₃ Titration.

(Determination of sulphur in basic slag by combustion method—II)

Shizuya Maekawa, Yoshio Yoneyama.

I. 緒 言

著者らは前報で高周波燃焼-EDTA 滴定法による塩基性鋼滓中硫黄の迅速定量法を報告した。高温では燃焼生成した SO₂ は安定で SO₃ などに酸化される率が非常に小さいので、燃焼ガスを純水に吸収させた場合そのほとんどは H₂SO₃ になる。これを KIO₃-KI 標準溶液で滴定すれば、後述の方程式により反応はほぼ化学量論的に進行する。本法はフツ素を含む各種鋼滓にも適用可能で、精度、迅速性ともに満足でき、とくに炉前分析に適している。

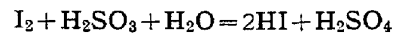
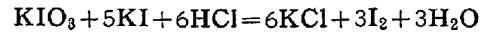
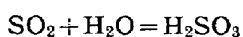
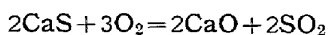
II. 分析 操 作

磁器ルツボ (フリケンタイトボート) に電解鉄 1 g, 試料 0.3 g, 錫 0.3 g, および酸化クロム 0.3 g の順に入れキャップで覆う。酸素流速を 1.4~1.6 l/mn とし 3 mn 高周波燃焼を行う。燃焼ガスは純水 200 ml を入れた 40 mmφ×200 mm のシリンダーの底部に導き、細泡にして放出させ SO₂ を吸収させる。終了後、導管内を水洗し、吸収液と合せて 500 ml のエルレンマイヤーフラスコに移す。1% デン粉溶液 10 ml, 2% KI 溶液 5 ml および HCl (1+4) 10 ml を加え、M/1000KIO₃ 標準溶液で滴定し微青色になった点を終点とする。試料を除いた時の空実験を行い、その差を H₂SO₃ を酸化するに要した KIO₃ とし、検量線を用いて硫黄量を求める。

M/1000KIO₃ 標準溶液の調製; KIO₃ 1.15g, KI 11 g および KOH 1g をとり、水で 1 l にする。使用の際は この 200 ml をとり、水を加えて 1 l にする。その都度力価を検定するが、2週間以内は変化しない。

III. 検討実験および結果

1. 本法における化学反応式



すなわち理論上 M/1000KIO₃ 1 ml は 96.18 γ の S に相当する。

2. 燃焼ガス中 SO₂ の吸収実験

2種類の塩基性鋼滓を高周波燃焼させ SO₂ 吸収におよぼす因子を実験的に検討した。吸収液 pH, 吸収液温,

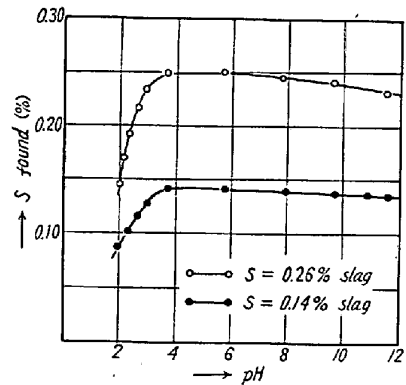


Fig. 1. Relation between SO₂ absorbability and pH.

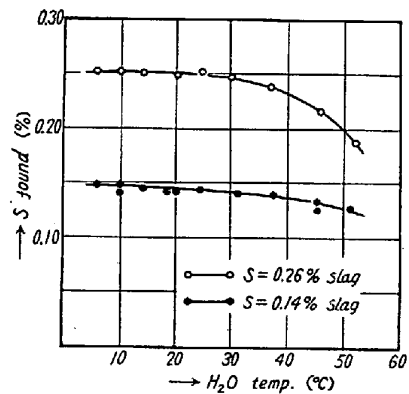


Fig. 2. Relation between SO₂ absorbability and H₂O temperature.

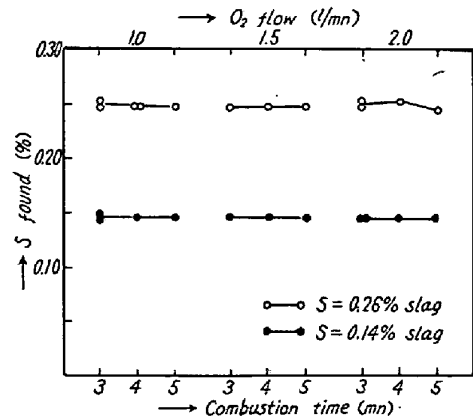


Fig. 3. Relation between SO₂ absorbability and O₂ flow when combustion time was varied.

酸素流量および燃焼時間と吸収率との関係を Fig. 1, 2 および 3 に示す。pH は 5~7 で最大吸収率を示し、4 以下では急速に減退した。液温は 10~25°C でほぼ一定して吸収率を示した。また酸素流量は 1~2 l/mn で、燃焼時間は 3~5mn の範囲内でいずれも一定であった。

3. 硫黄回収率

鋼滓に FeS または CaSO₄ を混和した合成試料を燃焼させ、純水に吸収させた。S はほとんど SO₂ の形で吸収され、吸収瓶 1 個では 94~97%、2 個連結した場合は 99% 程度の回収率であった。エレマ炉燃焼法では滓種によつて回収率が変動し、30% しか定量されない場合もあつた。

4. 検量線の作成

硫黄含有量既知の鋼滓数種について分析を行い、KIO₃ 標準溶液消費量と硫黄含有量との関係をプロットし、検量線とした。硫黄含有量 0.35% まではほぼ直線を示した。

IV. 分析結果例

本法によつて得た実際試料の分析結果例を Table 1 に示す。

Table 1. Analysis of sulphur in slags by KIO₃ titration method.

Type of specimens	No.	Found S (%)		Difference (%)
		Gravimetric method	Auther's method	
Basic O. H.	1	0.09	0.11	+0.02
	2	0.34	0.33	-0.01
F. slag.	3	0.36	0.37	+0.01
	4	0.34	0.33	-0.01
Basic E. F. slag	1	0.11	0.12	+0.01
	2	0.08	0.08	0
	3	0.23	0.23	0
	4	0.17	0.17	0
Cupola slag	1	0.09	0.08	-0.01
	2	0.08	0.09	+0.01
	3	0.12	0.12	0

V. 結 言

1. 高周波燃焼-KIO₃ 滴定法による鋼滓中硫黄迅速定量法を検討した。燃焼生成した SO₂ はその 94% 以上が 1 回の吸収操作で純水吸収され、安定であることを実験的に確認した。

2. 分析所要時間は約 8mn で、精度、再現性ともに良好である。

3. エレマ炉燃焼法では試料中硫黄の SO₂ としての回収率は低く、いちじるしく低値を示すことがあつた。

(98) カントメーターによる鉄鋼の炉前分析について

大同製鋼, 研究所

本多 義彦・○水谷 清澄

Application of the Quantometer to Production Control in Steel Making.

Yoshihiko Honda, Kiyosumi Mizutani.

I. 緒 言

当社では炉前分析の迅速化および分析の能率化を計るために米国 A.R.L 製カントメーターを購入し、昭和 33 年 6 月設置完了し同年 9 月より炉前分析、製品のチェック、スクラップ管理などに活用している。カントメーターの原理および構造についてはすでに多くの報告がなされているので概要に留め、主として炉前分析に適用した場合の諸問題および効果などにつき報告する。

II. 装 置

装置は発光装置 (multi-source)、曲率半径 1.5m の回折格子分光器および記録装置より成つている。なお装置の性能を良好に保つため室温は 24°C ± 1°C、相対湿度は 50% ± 10% に保持している。また装置の電源は定量精度を上げるために発電機をもちいて 230V ± 1V、60C/S ± 0.6C/S に制御している。

III. 定量元素および定量範囲

現在炉前分析に利用している元素、スペクトル線および定量範囲を Table 1 に示す。

Table 1. Spectral lines, ranges (%)

Element	Spectral line (Å)	Channel	Range (%)
Fe	2714.4	A	Internal std.
Si	2516.0	A	0.01 ~ 0.60
Mn	2933.1 × 2	A	0.01 ~ 1.50
Cu	3274.0 × 2	A	0.01 ~ 0.40
Ni	2316.0	A	0.01 ~ 1.00
Cr	2677.2	B	1.00 ~ 4.00
		A	0.01 ~ 0.50
Mo	3170.3	B	0.50 ~ 2.00
		A	0.01 ~ 0.50

IV. 定 量 条 件

(1) 標準試料および炉前試料の調製

標準試料は 10kg 鋼塊を鑄造しこれを鍛造した試片およびカントメーター用炉前試料より均質度のよい物を選びこれを用いている。また炉前試料の採取法は銅定盤上に内径 35mm 高さ 40mm の鉄鑄型を乗せこれに溶鋼を注入して作製しその急冷面をグラインダーにて研磨して放電面とする。